Die Umsetzung des 2,3-Oxy-naphtoesäure-o-anisidids (Naphtol AS-OL) über das Methylol und Chlorid mit Acetessigester

INAUGURAL-DISSERTATION

zur Erlangung der Doktorwürde

einer Hohen Naturwissenschaftlichen Fakultät

der Eberhard-Karls-Universität

zu Tübingen

vorgelegt von

Erwin Ewald

aus Sobernheim (Rhld.)

1939

Buchdruckerei Bölzle, Tübingen, Marktgasse 10

Tag der mündlichen Prüfung: 4. Mai 1939

Berichterstatter: Prof. Dr. P. W. Neber

Dekan: Prof. Dr. E. Hennig

Zum Druck genehmigt von der Naturwissenschaftlichen Fakultät der Universität Tübingen

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

Vorliegende Arbeit wurde im Chemischen Laboratorium der Universität Tübingen ausgeführt.

Meinem hochverehrten Lehrer, Herrn Professor Dr. P. W. Neber, auf dessen Anregung diese Arbeit unternommen wurde, danke ich aufs herzlichste für die vielseitige Förderung und liebenswürdige Unterstützung, die er mir während der Ausführung nachstehender Abhandlung zuteil werden ließ.

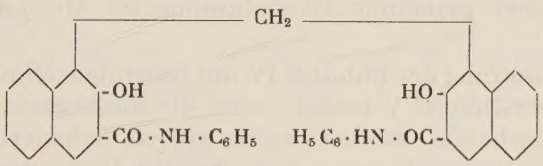
Gleichzeitig erlaube ich mir, dem Vorstand des Chemischen Instituts, Herrn Hofrat Professor Dr. W. Schlenk, für das mir stets entgegengebrachte Wohlwollen herzlichst zu danken.

Digitized by the Internet Archive
in 2026

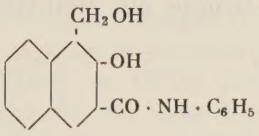
https://archive.org/details/IA41549601_0032

Nach einer Arbeit von P. W. Neber und P. Kubitzky[1]) entsteht bei der Kondensation von Formaldehyd mit den Alkalisalzen der Oxy-naphtoesäure-arylide z. B. dem Alkalisalz des 2,3-Oxy-naphtoesäureanilids nicht das von K. Brass und P. Sommer[2]) angenommene Methylen-bis-(2,3-oxy-naphtoesäure-anilid) I, sondern die Natriumverbindung des 1-Oxy-methyl-2,3-oxy-naphtoesäure-anilids II. Die wässrigen Lösungen dieser Alkaliverbindungen bilden die Grundierungsbäder der Naphtol-AS-Färberei

I.



II.



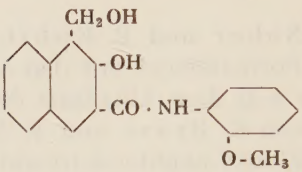
Bei der nachfolgenden Einwirkung von Diazoniumsalzen wird aus diesen Methylolen der Formaldehyd verdrängt und derselbe Azofarbstoff gebildet, der auch aus 2,3-Oxy-naphtoesäure-anilid direkt mit einem Diazoniumsalz entsteht.

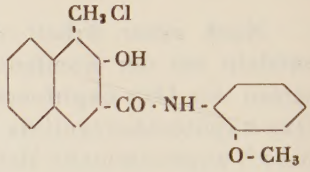
Der Sinn der vorliegenden Arbeit war zunächst der, aus dem 1-Oxymethyl-2,3-oxy-naphtoesäure-o-anisidid III zum Acetessigester-Derivat V zu gelangen, dessen Aethoxygruppe durch verschiedene Anilin- bezw. Naphtylaminreste ersetzt werden sollte, um zu einer neuen Klasse von Grundkörpern der Hansa-Gelb-Farbstoffe zu gelangen. Allein alle diesbezüglichen Versuche scheiterten bereits daran, daß sich diese Reste ohne weitgehende Zersetzung (Bildung von Diaryl-harnstoffen) nicht in die Acetessigester-Komponente von V einführen ließen. Deshalb wurde die Arbeit in einer ganz anderen Richtung hin verfolgt.

[1]) Inaugural-Dissertation P. Kubitzky, Tübingen 1937.

[2]) B. 61, 993 [1928].

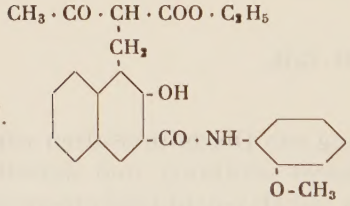
Es gelingt leicht, aus der Alkaliverbindung des 2,3-Oxynaphtoesäure-o-anisidids mit Formaldehyd das Methylol III und daraus mit konzentrierter Salzsäure das Chlorid IV zu erhalten:

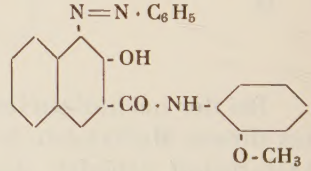
III. 

IV. 

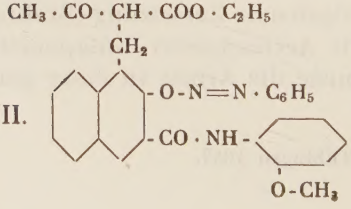
Die Existenz des Letzteren ist der offensichtlichste Beweis, daß der Formaldehyd in III nicht etwa als „lockere Additionsverbindung" vorliegt, wie das immer stark betont wurde, sondern in Form einer primären Alkoholgruppe im Molekül fest verankert ist.

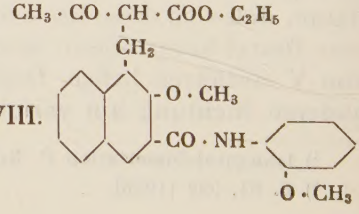
Die Umsetzung des Chlorids IV mit Natriumacetessigester zum Acetessigester-Derivat V macht, wenn die diesbezüglichen Bedingungen eingehalten werden, keine großen Schwierigkeiten im auffallenden Gegensatz zur entsprechenden Verbindung, bei der an Stelle der Methoxy-Gruppe ein Methylrest steht.

V. 

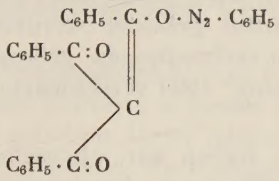
VI. 

Auffallend bei V ist die Tatsache, daß auch hier bei der Einwirkung einer Diazoverbindung der gesamte in 1-Stellung befindliche Methylacetessigester-Rest durch die Diazokomponente verdrängt wird. Dieser Ersatz verläuft zwar etwas langsamer wie die Verdrängung der Methylolgruppe aus III, aber in beiden Fällen entsteht der Farbstoff VI.

VII. 

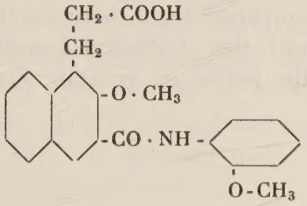
VIII. 

Gleichzeitig konnte hierbei der farblose „Aether" VII isoliert werden (also die Vorstufe zum Farbstoff VI) wie er erstmalig von O. Dimroth[3]) bei Keto-Enol-Desmotropen z. B. beim Diazoäther des Tribenzoylmethans

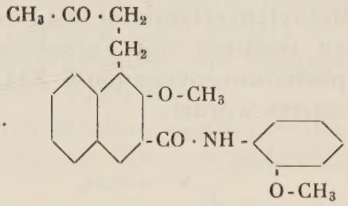


erhalten wurde.

IX.

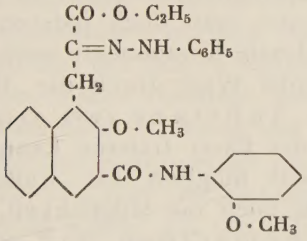


X.

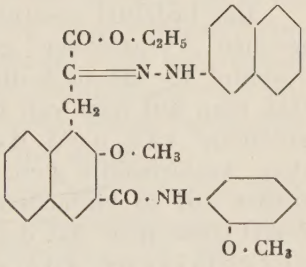


Wird aber beim Methylacetessigester-Körper V die Angriffsstelle für die Diazokomponente blockiert und das ist der Fall beim Methyl-Aether VIII[4]), so bleibt jetzt bei der Einwirkung von Phenyldiazoniumchlorid der Substituent in der 1-Stellung erhalten und die Diazokomponente verdrängt, wie das bei methylierten Acetessigestern ja immer der Fall ist, den Acetylrest, und es bildet sich das Phenylhydrazon XI bezw. mit β-Naphtyldiazoniumchlorid das Naphtylhydrazon XII.

XI.



XII.



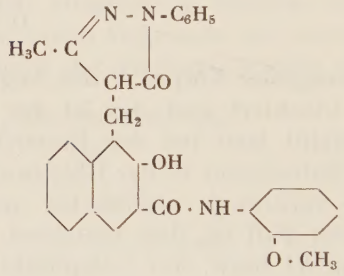
[3]) B. 41, 4012 [1908].

[4]) Zu seiner Charakterisierung wurde die Säure- und Keto-Spaltung durchgeführt, die völlig normal verläuft und je nach den Reaktionsbedingungen entweder in der Hauptsache die Säure IX oder das Keton X ergibt, eine nicht uninteressante Substanz, über deren Umsetzungen an anderer Stelle berichtet wird.

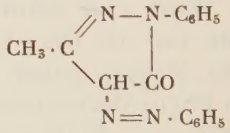
Der tiefere Grund, warum wir uns mit dem Methylacetessigester-Derivat des 2,3-Oxy-naphtoesäure-o-anisidids näher befaßt haben, liegt auf einem anderen Gebiet. Es ist eine längst bekannte Tatsache[5]), daß auch Methylenverbindungen durch Phenyldiazoniumchlorid zu spalten sind, wobei aus I zwei Mol 1-(Phenylazo)-2,3-oxy-naphtoesäureanilid gebildet werden. Falls die Synthese „gemischter" Methylenverbindungen gelänge, wäre es möglich, durch die „Diazospaltung" zwei verschiedene Azofarbstoffe gleichzeitig zu erzeugen.

Zu diesem Zweck haben wir, abgesehen von Substanz VIII den Ester V mit Phenylhydrazin kondensiert und gelangten über das Phenylhydrazon zum Pyrazolon XIII. Wird diese kombinierte Methylenverbindung mit Phenyldiazoniumchlorid behandelt, fällt ein Gemisch des Farbstoffes VI und des 1-Phenyl-3-methyl-4-(phenylazo)-pyrazolon-5 XIV aus, die beide in reinem Zustand isoliert wurden.

XIII.



XIV.



Das bedeutet also und Variationsmöglichkeiten gibt es ja bei solchen „Pyrazolonen" genügend (kann man doch jederzeit die Naphtol AS- als auch die Phenylhydrazin-Komponente wechseln), daß man auf dem von uns gefundenen Wege durch die „Diazospaltung" ein und derselben Substanz zwei verschiedene Azofarbstoffe gleichzeitig auf der Faser fixieren kann, was bisher auf so einfachem Wege nicht möglich war. Außerdem bietet diese neue Art des Ausfärbens auch die Möglichkeit, Fasergemische aus ein und demselben Bad zu färben, handelt es sich doch im ersten Falle VI um einen typischen Baumwoll- und im Falle des „Azopyrazolons" XIV um einen ebenso charakteristischen Woll-Farbstoff.

[5]) Vgl. R. Möhlau und E. Strohbach B. 33, 805 [1900].

Beschreibung der Versuche.

4,35 g 1-Methylen-acetessigester-2,3-oxy-naphtoesäure-o-anisidid werden mit 2,3 g Anilin Stunden in einem birnförmig erweiterten Schmelzrohr auf 210° gehalten. Unter lebhafter Blasenentwicklung destilliert Aethylalkohol heraus. Nach einiger Zeit hört das Sieden auf und beim Erkalten scheiden sich lange farblose Nadeln ab, die als sym. Diphenylharnstoff erkannt wurden. Weitere Produkte konnten infolge der Verharzung der Substanz nicht isoliert werden. Auch Veränderungen der Mengenverhältnisse, von Temperatur und Zeit führten zu keinem anderen Ergebnis.

Bei der Umsetzung der methylierten Substanz ergibt sich dasselbe Bild, es entsteht unter Abspaltung von Alkohol gleichfalls sym. Diphenylharnstoff.

1-Oxymethyl-2,3-oxy-naphtoesäure-o-anisidid III.

2,9 g 2,3-Oxy-naphtoesäure-o-anisidid werden mit wenig Alkohol angefeuchtet und mit einer Lösung von 0,4 g Natriumhydroxyd in 5 ccm Wasser angeteigt. Unter schwachem Erwärmen wird solange gerührt, bis eine braune, klare Lösung entstanden ist. Nach dem Filtrieren und Abkühlen auf Raumtemperatur gibt man unter Umrühren tropfenweise 0,75 ccm Formalin (40%) zu, wobei das gelbe kristalline Natriumsalz sich nach wenigen Minuten abzuscheiden beginnt. Nach einer Stunde saugt man scharf ab und löst das Salz in wenig Aceton. Die Acetonlösung wird mit 200 ccm Wasser verdünnt und mit berechneter Menge verdünnter Salzsäure unter Kühlung das weiße Methylol ausgefällt.

Der Zersetzungspunkt des Rohproduktes liegt bei 136—138°. Von 120° an tritt Gelbfärbung ein. Zum Umkristallisieren wird in Aceton gelöst, mit derselben Menge Petroläther (75—90°) versetzt und in Eiswasser gestellt. Man erhält so schwachgelbe Nadeln vom Schmp. 148—151°. Ausbeute 2,8 g.

4,866 mg Subst.: 12,575 mg CO_2, 2,320 mg H_2O.

$C_{19}H_{17}O_4N$ (323,13) Ber. C 70,56 H 5,30
Gef. C 70,48 H 5,33.

1-Chlormethyl-2,3-oxy-naphtoesäure-o-anisidid IV.

4 g feinst gepulvertes Methylol III werden in 50 ccm heißem Aceton suspendiert und 8 ccm konz. Salzsäure zugegeben. Unter starker Erwärmung tritt für kurze Zeit klare Lösung ein, aus der sich sehr rasch das Chlorid in gelbgefärbten Nadeln auszuscheiden beginnt. Nach dem Abkühlen wird abgesaugt und einmal mit trockenem, kaltem Aceton nachgewaschen. Aus Aceton umkristallisiert erhält man schwach gelb gefärbte Kristalle vom Schmp. 179°. Ausbeute 3,8 g Chlorid.

0,1543 g Subst.: 0,3782 g CO_2, 0,685 g H_2O.
14,962 mg Subst.: 6,405 mg AgCl
$C_{19}H_{16}O_3NCl$ (341,59)
Ber. C 66,75 H 4,72 Cl 10,38
Gef. C 66,82 H 4,96 Cl 10,58.

1-(Methylen-acetessigester)-2,3-oxy-naphtoesäure-o-anisidid V.

0.7 g Natrium werden in feinst verteiltem Zustande in 50 ccm absolutem Aether suspendiert, 4 g frisch destillierter Acetessigester zugegeben und auf dem Wasserbade am Rückflußfühler solange erwärmt, bis das metallische Natrium verschwunden ist. In diese Suspension des Natriumacetessigesters wird eine molare Menge (10,25 g) des mit 100 ccm trockenen Aceton aufgeschlämmten Chlorids des 1-Oxymethyl-2,3-oxy-naphtoesäure-o-anisidids eingerührt und nach Stunden vom ausgeschiedenen Natriumchlorid abfiltriert. Das Lösungsmittel läßt man in einer großen Schale verdunsten. Aus heißem Alkohol scheiden sich beim Abkühlen feine, schwach gelbe Nadeln vom Schmp. 131° ab. Ausbeute: 10,2 g. Zur Verbrennung wurde die Substanz 4 Stunden im Vakuum bei 100° getrocknet. Der Ester ist in kalter, verdünnter Natronlauge leicht löslich und wird durch verdünnte Salzsäure unverändert wieder ausgefällt.

0,2013 g Subst.: 0,5092 g CO_2, 0,1055 g H_2O
$C_{25}H_{25}O_6N$ (435,19) Ber. C 68,93 H 5,78
Gef. C 68,99 H 5,86.

1-Phenylazo-2,3-oxy-naphtoesäure-o-anisidid VI.

5,9 g 2,3-Oxy-naphtoesäure-o-anisidid werden mit wenig Alkohol angeteigt und mit 0,9 g Natriumhydroxyd in 50 ccm Wasser

in Lösung gebracht. In diese Lösung wird unterhalb 0° eine aus 1,8 g Anilin, 5 ccm konz. Salzsäure einerseits und aus 1,4 g Natriumnitrit in 15 ccm Wasser hergestellte Diazolösung eingerührt. Nach zweistündigem Stehen im Eisschrank wird mit 2 ccm konz. Salzsäure in 20 ccm Wasser angesäuert und der ausgeschiedene Farbstoff abgesaugt. Beim Umkristallisieren aus Dioxan erhält man rote Nadeln vom Schmp. 228°. Ausbeute 6,5 g.

Kupplung von 1-(Methylen-acetessigester)-2,3-oxy-naphtoesäure-o-anisidid V mit Phenyldiazoniumchlorid.

4,4 g feinst gepulverter Acetessigesterkörper V werden mit 75 ccm Alkohol angeteigt und mit 2 g Natriumhydroxyd, 2,5 g wasserfreiem Natriumacetat und 30 ccm Wasser in Lösung gebracht. Dazu läßt man bei 0° eine aus 0,9 g Anilin, 4 g konz. Salzsäure, 15 ccm Wasser einerseits und 0,7 g Natriumnitrit und 10 ccm Wasser hergestellte Diazolösung unter Rühren eintropfen. Nach vierstündigem Stehen im Eisschrank wird der ausgeschiedene Farbstoff VI abgesaugt und aus Dioxan in leuchtend roten Nadeln vom Schmp. 228° erhalten.

0,1481 g Subst.: 0,3941 g CO_2, 0,0669 g H_2O
$C_{24}H_{19}O_3N_3$ (397,17) Ber. C 72,52 H 4,82
Gef. C 72,57 H 5,05.

Wird in eine Lösung von (4,4 g Acetessigesterkörper V in 30 ccm Dioxan, 200 ccm Alkohol und 3 g wasserfreiem Natriumacetat in 20 ccm Wasser) unterhalb 0° die gleiche Diazolösung wie oben eingerührt, scheiden sich nach 3—4 Stunden nur geringe Mengen des Farbstoffes VI aus. Wird von diesem abfiltriert und bleibt das Filtrat jetzt noch 20 Stunden im Eisschrank stehen, haben sich reichliche Mengen des „Diazoäthers" VII in schwach rötlich gefärbter Form abgesetzt. Aus heißem Dioxan mit Tierkohle: farblose Blättchen vom Schmp. 186°.

0,1236 g Subst.: 0,3138 g CO_2, 0,0639 g H_2O.
3,887 mg Subst.: 0,261 ccm N (20°, 755 mm)
$C_{31}H_{29}O_6N_3$ (539,25)
Ber. C 68,99 H 5,42 N 7,78
Gef. C 69,24 H 5,78 N 7,77.

Methylierung des 1-(Methylen-acetessigester)-2,3-oxy-naphtoesäure-o-anisidids VIII.

4,35 g des Esters V werden mit etwas Aceton angeschlämmt, mit 0,4 g Natriumhydroxyd in 10 ccm Wasser zur Lösung gebracht, 2,5 g (ber. 1,26 g) Dimethylsulfat zugegeben und 6 Stunden auf der Maschine geschüttelt. Das methylierte Produkt fällt kristallin in farblosen Nadeln aus, die durch Waschen mit verdünnter Natronlauge gereinigt werden. Aus Alkohol erhält man Nadeln vom Schmp. 141°. Ausbeute an reiner Substanz 3,8 g. Zur Verbrennung wurde 4 Stunden im Vakuum bei 100° getrocknet.
4,179 mg Subst.: 10,66 mg CO_2, 2,28 mg H_2O
$C_{26}H_{27}O_6N$ (449,22) Ber. C 69,46 H 6,05
Gef. C 69,57 H 6,10.

1-Butanon-(3)-2,3-methoxy-o-anisidid X.

Man löst 4,5 g der Substanz VIII in Natriumäthylat (aus 0,5 g Natrium und 15 ccm gew. Alkohol). Durch schwaches Erwärmen auf dem Wasserbade und Umschütteln erhält man eine klare Lösung, die bei Raumtemperatur 16 Stunden stehen bleibt. Sodann wird sie in 100 ccm Wasser eingerührt. Das sich dabei zunächst ölig abscheidende Produkt erstarrt nach einigen Stunden. Das feste Keton wird abgesaugt (Filtrat), getrocknet und aus wenig Alkohol umkristallisiert. Die farblosen Kristalle haben einen Schmp. von 144°. Ausbeute an reiner Substanz 1,9 g.
4,954 mg Subst.: 13,255 mg CO_2, 2,770 mg H_2O.
3,293 mg Subst.: 0,108 ccm N (24,5°, 763 mm)
$C_{23}H_{23}O_4N$ (377,18) Ber. C 73,18 H 6,14 N 3,71
Gef. C 72,97 H 6,25 N 3,78.

1-Propionsäure-2,3-methoxy-naphtoesäure-o-anisidid IX.

Nach dem Abfiltrieren des Ketons wird das obige Filtrat mit verdünnter Salzsäure schwach angesäuert und das ausgefallene Produkt abgesaugt und getrocknet. Aus Alkohol kristallisiert die Säure in farblosen Blättchen vom Schmp. 184°. Ausbeute an reiner Substanz: 1,5 g.
4,964 mg Subst.: 12,680 mg CO_2, 2,510 mg H_2O.
2,918 mg Subst.: 0,099 ccm N (27°, 747 mm)
$C_{22}H_{21}O_5N$ (379,16) Ber. C 69,63 H 5,58 N 3,69
Gef. C 69,67 H 5,65 N 3,79.

1-(Brenztraubensäure-äthylester-phenylhydrazon)-2,3-methoxy-naphtoesäure-o-anisidid XI.

a) 0,9 g Anilin werden mit 2,5 g konz. Salzsäure und 20 ccm Wasser versetzt, abgekühlt auf 0° und eine ebenso gekühlte Lösung von 0,7 g Natriumnitrit in 8 ccm Wasser unter Rühren zutropfen gelassen.

b) 2,2 g 1-(Methylen-acetessigester)-2,3-methoxy-naphtoesäure-o-anisidid VIII in 75 ccm Aceton gelöst werden mit 1 g Natriumhydroxyd in 8 ccm Wasser versetzt.

Wird die Hälfte der Lösung a unter guter Kühlung in b eingerührt, beginnt die Abscheidung des Phenylhydrazons. Nach sechsstündigem Stehen im Eisschrank wird die Kristallmasse abgesaugt und aus Aceton umkristallisiert: farblose Blättchen vom Schmp. 202°.

5,019 mg Subst.: 12,975 mg CO_2, 2,60 mg H_2O.
3,161 mg Subst.: 0,224 ccm N (20°, 754 mm)
$C_{30}H_{29}O_5N_3$ (511,22)

Ber. C 70,42 H 5,71 N 8,21
Gef. C 70,50 H 5,79 N 8,19.

1-(Brenztraubensäure-äthylester-β-naphtylhydrazon)-2,3-methoxy-naphtoesäure-o-anisidid XII.

a) 1,4 g β-Naphtylamin werden mit 2,5 g konz. Salzsäure und 20 ccm Wasser auf dem Wasserbade bis zur Lösung gebracht, abgekühlt und bei 0° eine Lösung von 0,7 g Natriumnitrit in 8 ccm Wasser tropfenweise eingerührt.

b) 2,2 g 1-(Methylen-acetessigester)-2,3-methoxy-naphtoesäure-o-anisidid VIII werden in 75 ccm Aceton gelöst und mit 1 g Natriumhydroxyd in 8 ccm Wasser versetzt.

Die Hälfte der Lösung a wird unterhalb 0° in b eingerührt. Nach achtstündigem Stehen im Eisschrank wird das Naphtylhydrazon abgesaugt und nach dem Umkristallisieren aus Aceton in Form schwach gelber Nadeln vom Schmp. 178° erhalten.

5,364 mg Subst.: 14,325 mg CO_2, 2,770 mg H_2O.
3,306 mg Subst.: 0,211 ccm N (18°, 759 mm)
$C_{34}H_{31}O_5N_3$ (561,24)

Ber. C 72,70 H 5,56 N 7,48
Gef. C 72,83 H 5,77 N 7,47.

1-Phenyl-3-methyl-4-(1'-methylen-2', 3'-methoxy-naphtoesäure-o-anisidid)-pyrazolon-5 (analog XIII).

Man löst 1,1 g 1-(Methylen-acetessigester)-2,3-methoxy-naphtosäure-o-anisidid in 5 ccm Eisessig, gibt 0,5 g (ber. 0,25 g) Phenylhydrazin zu und erhitzt ½ Stunde auf dem Wasserbad. Wird dann mit 5 ccm Alkohol verdünnt, scheidet sich beim Erkalten das Pyrazolon in farblosen Kristallen vom Schmp. 198° ab, das zur Analyse nochmals aus wenig Eisessig umkristallisiert wurde. Ausbeute an reiner Substanz 0,9 g.

0,1393 g Subst.: 0,3722 g CO_2, 0,0712 g H_2O.
3,323 mg Subst.: 0,247 ccm N (17°, 742 mm)
$C_{30}H_{27}O_4N_3$ (493,21)

Ber. C 72,99 H 5,51 N 8,51
Gef. C 72,87 H 5,71 N 8,54.

1-Phenyl-3-methyl-4-(1'-methylen-2', 3'-oxy-naphtoesäure-o-anisidid)-pyrazolon-5 XIII.

1,1 g 1-(Methylen-acetessigester)-2,3-oxy-naphtoesäure-o-anisidid werden in 15 ccm heißem absolutem Alkohol gelöst, 0,4 g (ber. 0,25 g) Phenylhydrazin in 3 ccm absolutem Alkohol zugegeben und auf dem Wasserbade am Rückflußkühler solange gekocht, bis sich das Pyrazolon in feinen Nadeln abzuscheiden beginnt. Nach dem Erkalten wird abgesaugt und das Pyrazolon nach dem Umkristallisieren aus Alkohol in farblosen Nadeln vom Schmp. 202° erhalten. Ausbeute 0,9 g.

0,1315 g Subst.: 0,3508 g CO_2, 0,0643 g H_2O.
0,1256 g Subst.: 9,7 ccm N (21°, 735 mm)
$C_{29}H_{25}O_4N_3$ (479,22)

Ber. C 72,62 H 5,25 N 8,76
Cef. C 72,75 H 5,47 N 8,67.

1-Phenyl-3-methyl-4-phenylazo-pyrazolon-5 XIV.

a) 1,8 g Anilin werden mit 5 g konz. Salzsäure in 40 ccm Wasser gelöst. Bei 0° rührt man dazu eine Lösung von 1,4 g Natriumnitrit in 15 ccm Wasser ein.

b) 2,4 g 1-Phenyl-3-methyl-4-(1'-methylen-2'-3'-oxy-naphtoesäure-o-anisidid)-pyrazolon-5 werden in wenig Aceton gelöst, mit

2 g Natriumhydroxyd in 8 ccm Wasser versetzt und noch 150 ccm Wasser zugegeben.

Die Hälfte der Lösung a wird unter guter Kühlung in b eingerührt. Der dabei entstehende Farbstoff 1-Phenylazo-2,3-oxynaphtoesäure-o-anisidid VI wird abfiltriert und aus Dioxan umkristallisiert: Schmp. 228°. Das Filtrat wurde ausgeäthert mit Salzsäure schwach sauer gemacht und ausgeäthert. Die rötliche ätherische Lösung des 1-Phenyl-3-methyl-4-phenylazo-pyrazolon-5 wird nach dem Trocknen mit Kaliumcarbonat filtriert, der Aether verdampft und der Rückstand in wenig heißem Aceton gelöst. Beim Erkalten scheiden sich braunrote Kristalle vom Schmp. 156° ab (Schmp. B. 43, 1983 [1910] 155—156°).

4,742 mg Subst.: 12,015 mg CO_2m 2,210 mg H_2O.
0,1002 g Subst.: 17,8 ccm N (18°, 738 mm)
$C_{16}H_{14}ON_4$ (278,1) Ber. C 69,04 H 5,07 N 20,17
Gef. C 69,10 H 5,21 N 20,24.

Lebenslauf.

Geboren am 10. Mai 1914 in Sobernheim (Rhld.) als Sohn des Chemikers Dr. phil. Carl Ewald und seiner Ehefrau Hedwig, geb. Christ, besuchte ich vom Frühjahr 1920 bis Frühjahr 1923 die Volksschule, darauf bis 1929 die Realschule in Sobernheim. Anschließend die Klinger-Oberrealschule in Frankfurt/Main, woselbst ich im Frühjahr 1932 die Reifeprüfung ablegte. Vom Sommersemester 1932 an studierte ich Chemie in Freiburg, München und Rostock. Das erste Verbandsexamen legte ich zu Beginn des Wintersemesters 1934/35, das zweite Verbandsexamen im Sommer 1936 in Tübingen ab und befaßte mich seither, unter Anleitung von Herrn Professor Dr. P. W. Neber, mit der vorliegenden Arbeit.

Erwin Ewald.